

ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER, ITS PRODUCTION, DEVELOPER AND IMAGE FORMING METHOD**Publication number:** JP2000081721**Publication date:** 2000-03-21**Inventor:** ISHIYAMA TAKAO; SERIZAWA MANABU; EGUCHI
ATSUHIKO; SHOJI TAKESHI; MATSUMURA YASUO**Applicant:** FUJI XEROX CO LTD**Classification:****- international:** **G03G9/08; G03G9/087; G03G9/08; G03G9/087;** (IPC1-7): G03G9/08; G03G9/087**- European:** G03G9/08P; G03G9/087F3; G03G9/087H3**Application number:** JP19980249852 19980903**Priority number(s):** JP19980249852 19980903**Also published as:** **US6080519 (A)****Report a data error here****Abstract of JP2000081721**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner excellent in fixing characteristics such as the peelability of a fixing sheet, the adhesion and bending resistance of a fixed image, the dispersibility of a releasing agent in the toner and OHP transparency and capable of giving a fixed image having high image quality, and provide its production method, a developer and an image forming method. **SOLUTION:** Relating to the electrostatic charge image developing toner contg. a colorant, a bonding resin and a releasing agent, relaxation modulus $G(t)$ in relaxation time $t=10 \times Dt$ (Dt : heating time in fixation) obtd. by the measurement of kinematic viscoelasticity is within the range of 2.0×10^2 to 3.0×10^3 Pa or relaxation modulus $G(t=0.01)$ in 0.01 sec relaxation time is in the range of 2.0×10^2 to 3.0×10^4 Pa and the ratio $[G(t=0.01)/G(t=0.1)]$ of the relaxation modulus $G(t=0.01)$ to relaxation modulus $G(t=0.1)$ in 0.1 sec relaxation time is in the range of 1.0 to 18.0.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

【物件名】

刊行物 2

刊行物 2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-81721

(P2000-81721A)

(43) 公開日 平成12年3月21日 (2000.3.21)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	ページ数	フォーマット (参考)
G 0 3 G 9/08		G 0 3 G 9/08	3 6 5	2 H 0 0 5
9/087			3 8 1	

審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 21 頁)

(21) 出願番号 特願平10-249852

(22) 出願日 平成10年9月3日 (1998.9.3)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72) 発明者 石山 孝雄

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 芹澤 孝

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(74) 代理人 100072844

弁護士 萩原 亮一 (外 2 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法

(57) 【要約】

【課題】 定着シートの剥離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性、トナー内の離形剤分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、かつ高画質な定着画像を提供できる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法を提供しようとするものである。

【解決手段】 着色剤、結着樹脂及び離型剤を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t=10 \times D1$ ($D1$: 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあるか、緩和時間0.01 sec における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Pa にありかつ該緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間0.1 sec における緩和弾性率 $G(t=0.1)$ との比 $G(t)/G(t=0.1)$ が $1.0 \sim 18.0$ の範囲にあることを特徴とする静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに該現像剤を用いる画像形成方法である。

【添付書類】

21  151

(2)

特開2000-081721

【特許請求の範囲】

【請求項1】 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D1$ ($D1$: 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあることを特徴とする静電荷現像用トナー。

【請求項2】 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 0.01 sec における緩和弾性率 $G(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Pa にあり、かつ該緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間 0.1 sec における緩和弾性率 $G(t=0.1)$ との比 $G(t)/G(t=0.1)$ が $1.0 \sim 18.0$ の範囲にあることを特徴とする静電荷現像用トナー。

【請求項3】 前記静電荷現像用トナーに離型剤を配合してなることを特徴とする請求項1又は2記載の静電荷現像用トナー。

【請求項4】 $1 \mu\text{m}$ 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を形成した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする請求項1～3いずれか1項に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【請求項5】 前記凝集粒子分散液を形成した後、離型剤粒子分散液及び／又は表面修飾のための樹脂微粒子を分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前記凝集粒子表面に前記粒子を付着させ、次いで、前記凝集粒子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする請求項4に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 キャリアとトナーとを含有する静電荷現像剤において、前記トナーが請求項1～3のいずれか1項に記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする静電荷現像用現像剤。

【請求項7】 静電荷像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、前記現像剤が請求項6記載の静電荷現像用現像剤であることを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法、静電記録法等により形成される静電潜像を現像剤で現像するときに用いる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真法など静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法では帯電、露光工程により感光体上に静

電荷像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像し、転写、定着工程を経て可視化される。

【0003】 ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とが知られている。トナーの製造には、通常、熱可塑性樹脂を着色剤、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤とともに溶融混練し冷却した後、微粉砕・分級する湿練粉砕法が一般的に採用されている。これらトナーは、必要に応じて流動性やクリーニング性を改善するために無機や有機の微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。これらの微粒子の添加により、かなり優れたトナーを製造できるが、次のようないくつかの問題点がある。

【0004】 通常の湿練粉砕法では、トナーの形状及び表面構造は不定型であり、使用材料の粉砕性及び粉砕工程の条件により、それらは微妙に変化するため、トナーの形状及び表面構造を制御することは困難であった。また、湿練粉砕法では材料選択の範囲に制約がある。具体的には、粉砕前の溶融混練物が十分に脆く、経済的に可能な製造装置で容易に微粉砕される物でなければならない。ところが、その要求を満たすために前記溶融混練物を脆くすると、現像機中でトナーに加わる機械的せん断力などにより、トナーはさらに微粉を発生したり、トナー形状に変化をきたすことがある。これらの影響は、2成分現像剤では前記微粉がキャリア表面に固着し、現像剤の帯電劣化を加速したり、1成分現像剤では粒度分布が拡大してトナー飛散を生じたり、トナー形状の変化により現像性を低下させ、画質の劣化を生ずるという問題があった。

【0005】 また、これら粉砕法によるトナーにワックスなどの離型剤を多量に内添しても、熱可塑性樹脂との組み合わせによっては、トナー表面への離型剤の露出が抑制されてしまうことが多い。特に、トナーに配合される高分子量成分によりトナーの弾性が増し、やや粉砕され難くなった樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとの組み合わせでは、トナー表面にポリエチレンの露出が多く見られる。これは定着時の離型性や感光体上からの未転写トナーのクリーニングには有利であるが、トナー表面のポリエチレンが機械力で現像ロール、感光体、キャリアなどの表面に容易に移行して、それらを汚染し、信頼性を低下させることになる。

【0006】 さらに、トナー形状が不定型であることにより流動性助剤を添加しても十分な流動性を確保できないことがあり、機内の機械的せん断力によりトナー表面の微粒子がトナー凹部分に移動して経時的にトナーの流動性を低下させたり、流動性助剤がトナー内部に埋没して現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。また、クリーニング工程で回収されたトナーを再び現像機に戻して使用すると、さらに画質が低下する。これらを防ぐために、さらに流動性助剤を増加すると感光体上に黒点

(3)

特開2000-081721

が発生したり、流動性助剤粒子が飛散するという問題が生ずる。

【0007】近年、トナー形状及び表面構造を積極的に制御する方法として、特開昭63-282752号公報及び特開平6-250439号公報では乳化重合凝集法によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、乳化重合法により樹脂分散液を作成し、他方溶媒に着色剤を分散した着色剤分散液を作成し、これらを混合してトナー粒径に相当する凝集体を形成し、加熱することによって融合・合一させるトナーの製造方法である。この方法は、形状をある程度制御でき、帯電性、耐久性の改善を図ることができるが、トナーの内部構造がほぼ均一になることから、定着時の定着シートの剥離性、OHPを出力するときの透明性の安定化に問題を強していた。

【0008】上記のように電子写真プロセスは、様々な機械的ストレス下においてトナーが安定した性能を発揮するためには、離型剤のトナー表面への露出を抑制し、かつ定着性を損なわずに表面硬度を高くすると共にトナー自体の機械的強度を向上させ、かつ帯電性と定着性の両立を図ることが重要である。

【0009】さらに近年では、高画質化のみならず、マシンの高速化や省エネルギー化に対する要求も高まりつつある。特に、最近需要の増加しているデジタルフルカラー複写機やプリンターにおいてはY（イエロー）、M（マゼンタ）、C（シアン）、Bk（黒）の各現像剤を用い、減色混合作用を利用して現像するため、白黒機に比し、多量の現像剤を用いて画像を形成することになる。また、従来の中心であった文字原稿のみならず、写真・絵などベタ画像の複写/プリントも多くなることを鑑みると、より低温域での定着における高信頼性が要請されている。

【0010】前記の要請を満たすためには、高速定着時、即ち短時間の加熱・加圧で、トナー画像を紙に確実に密着させると共に定着ロールにオフセットなどを発生させずに、かつ、定着後にストレスにより画像欠損を起こすことなく、良画質を得ることが要求される。

【0011】これらに対し、例えば特開平8-101631号公報では、結着樹脂から極低分子量成分を排除し、かつ低分子量成分及び高分子量成分を併用することによって、低温定着性と耐オフセット性の両立を狙った方法が提案されている。この方法は、分子量各成分による機能分担という点ではある程度の効果が得られるであろうが、定着工程における極短時間の加熱時の各々の成分の粘弾性差により、得られた定着画像の表面及び内部が共に均質にはなり難く、グロスむらや折り曲げ等のストレスで欠損が発生しやすくなる。

【0012】また、画像の定着ロールからの剥離いわゆる離型性について、特にカラー複写機において、定着ロール表面に離型剤（多くはシリコンオイル）を均一に塗布する方法が多用されている（特開平4-3088

78号公報等）。しかしながら、経時的な離型剤物質の劣化に伴いその効果が大きく低下したり、定着装置の大型化、複雑化に伴うコストアップ、転写材表面への離型剤物質の移行によりボールペンの書き込みや粘着テープの貼り付けが不可能になるといった不具合が生ずる。

【0013】そこで、特開平5-61239号公報では、トナー中に大量の離形剤成分を内包させたオイルレス定着用のトナーを提案している。しかし、多量の離形剤を添加すると、ある程度は剥離性が改善されるが、バインダー成分と離形剤とが相溶性を発揮し、離形剤のしみだしを安定でかつ均一に行うことができないため、剥離の安定性を得ることはできない。また、トナー内部において各材料の分散性は、前述の定着像の紙への密着性や定着ロールからの剥離性、定着後の折り曲げ耐性やグロスのみならず、OHP透明性等の総合的な定着性能に大きく影響する。

【0014】離形剤の分散性を改善する方法としては、例えば特開平2-105163号公報に、極性基を有する樹脂を積極的に導入し、離形剤の内包性としみだし性を向上させることが提案された。しかし、この方法は、離形剤のしみだし性のある程度改善し、その内包性を向上させるが、トナー内における離形剤の位置の制御や、着色剤の分散性の改善については、効果がほとんど得られず、結果的に定着性を十分に改善することはできなかった。

【0015】着色剤の分散性を改善する方法としては、特開平4-188156号公報に、バインダー樹脂を構成するモノマー成分やワックス成分等により着色剤の表面を予め処理することが提案された。この方法は、ある程度の着色剤分散性を得ることはできるが、ワックス内への着色剤粒子の抱き込みが発生し、トナー内部では制御されないうまに着色剤粒子同士の凝集構造が形成される。その結果、前記の各種不具合に加えて、特にOHPの安定な透明性を得ることは難しい。

【0016】このようにトナー画像の紙への密着性、定着ロールからの剥離性、離型剤及び着色剤の分散性等については、トナー及びその構成材料の加熱時の溶融挙動や構造形成制御が重要であるが、一般的には、これらの定量的確認に際して動的粘弾性測定から得られる緩和弾性率、緩和時間といった尺度が用いられる。

【0017】一般にトナー等の被測定物に一定歪みを与えた場合、発生した応力は指数減衰的挙動を示すが、この時の初期応力を S_0 、時間 t_1 経過後の応力を S とした場合、 $S = S_0 \cdot e^{-t/\tau}$ と表され、時間 t_1 が t と等しくなる時の時間を緩和時間と定義する。また、緩和弾性率とは応力 S を変形量で割った値である。この応力緩和挙動は、結着樹脂の粘弾性や樹脂内に分散された離型剤等の構造、大きさ、量等の影響を大きく受けるため、その溶融状態を緩和挙動、即ち、緩和弾性率と緩和時間を用いて表すことができるが、トナー定着時の溶融挙動

(4)

特開2000-081721

及び粘弾性制御に積極的に適用した例は未だない。

【0018】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の問題点を解消し、定着シートの剥離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性、トナー内の離形剤分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、かつ高画質な定着画像を提供できる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法を提供しようとするものである。

【0019】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記問題点を克服するために鋭意検討した結果、次の構成を採用することにより、その問題を解決することができ、本発明を完成した。

(1) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t = 10 \times D_1$ (D_1 : 定着時の加熱時間) における緩和弾性率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Pa の範囲にあることを特徴とする静電荷現像用トナー。

【0020】(2) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 0.01 sec における緩和弾性率 $G(t = 0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Pa にあり、かつ、該緩和弾性率 $G(t = 0.01)$ と緩和時間 0.1 sec における緩和弾性率 $G(t = 0.1)$ との比 $G(t)/G(t = 0.1)$ が 1.0 ~ 18.0 の範囲にあることを特徴とする静電荷現像用トナー。

(3) 前記静電荷現像用トナーに離型剤を配合してなることを特徴とする前記(1)又は(2)記載の静電荷現像用トナー。

(4) 前記静電荷現像用トナーの酸価が 10 ~ 50 mgKOH/gram を特徴とする前記(1) ~ (3) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

【0021】(5) 前記離型剤が、ASTM D3418-8 に準拠して測定された主峰が 50 ~ 140 °C の範囲にあるものであることを特徴とする前記(1) ~ (4) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

(6) 透過型電子顕微鏡(TEM)により測定された平均粒径が 150 ~ 1500 nm の範囲にある離型剤を含有することを特徴とする前記(1) ~ (5) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

(7) 前記離型剤を 5 ~ 25 重量部の範囲で含有することを特徴とする前記(5)又は(6)記載の静電荷現像用トナー。

【0022】(8) 透過型電子顕微鏡(TEM)により測定された前記着色剤の平均粒径が 100 ~ 330 nm の範囲にあることを特徴とする前記(1) ~ (7) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

(9) 前記着色剤の含有量が 4 ~ 15 重量% の範囲にあることを特徴とする前記(8)記載の静電荷現像用トナー。

【0023】(10) 前記トナーの体積平均粒径 D_{50V} が 2 ~ 9 μm の範囲にあり、かつ、その体積平均粒度分布指標 $GSDV(D_{84V}/D_{10V})$ が 1.30 以下であり、かつ、その体積平均粒度分布指標 $GSDV$ と数平均粒度分布指標 $GSDP(D_{84P}/D_{10P})$ との比 $(GSDV/GSDP)$ が 0.95 以上であることを特徴とする前記(1) ~ (9) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

(11) 前記トナーの形状係数 SFI [(周囲長の2乗/投影面積)の平均値] が 110 ~ 140 の範囲にあることを特徴とする前記(1) ~ (10) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

(12) 前記静電荷現像用トナーの帯電量が 20 ~ 40 $\mu\text{C/g}$ の範囲にあることを特徴とする前記(1) ~ (11) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナー。

【0024】(13) 1 μm 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を形成した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする前記(1) ~ (12) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0025】(14) 前記凝集粒子分散液を形成した後、離型剤粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子を分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前記凝集粒子表面に前記粒子を付着させ、次いで、前記凝集粒子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴とする前記(13)に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0026】(15) 前記凝集粒子分散液を形成するとき、少なくとも 1 種の金属塩の重合体を添加することを特徴とする前記(13)又は(14)に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

(16) 前記金属塩重合体が少なくとも 1 種のアルミニウムの無機金属塩の重合体であることを特徴とする前記(15)記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0027】(17) 前記着色剤粒子を酸価 10 ~ 50 mgKOH/g の極性樹脂粒子で被覆したものをを用いることを特徴とする前記(13) ~ (16) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

(18) 前記着色剤粒子 100 重量部を被覆する前記極性樹脂粒子の量が 0.47 ~ 5.0 重量部の範囲にあることを特徴とする前記(17)に記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

【0028】(19) キャリアとトナーとを含有する静電荷現像剤において、前記トナーが前記(1) ~ (12) のいずれか 1 つに記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする静電荷現像用現像剤。

(20) 前記キャリアが樹脂被覆層を有することを特徴とする前記(19)に記載の静電荷現像用現像剤。

【0029】(21) 静電荷像担持体上に静電潜像を形成す

(5)

特開2000-081721

る工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、前記現像剤が前記(19)又は(20)に記載の静電荷現像用現像剤であることを特徴とする画像形成方法。

(22)前記トナー画像をオイルレス定着法で定着することを特徴とする前記(21)に記載の画像形成方法。

(23)前記転写体上のトナー画像をフッ素樹脂表面層を備えた定着ロールを用いて画像を形成することを特徴とする前記(21)又は(22)に記載の画像形成方法。

(24)トナー画像の形成に使用されなかった余分な静電荷現像用トナーを回収する工程と、前記回収工程で回収した静電荷現像用トナーを現像装置にリサイクルする工程とを含むことを特徴とする前記(21)～(23)のいずれか1つに記載の画像形成方法。

【0030】

【発明の実施の形態】本発明は、着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t=10 \times D1$ ($D1$:定着時の加熱時間)における緩和弾性率 $G'(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paの範囲に調整するか、又は、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01 secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Paにあり、かつ該緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1 secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G(r) [G'(t=0.01)/G'(t=0.1)]$ が1.0～18.0の範囲にあるように調整することにより、定着シートの剥離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性、トナー内離型剤の分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、高画質の定着画像の耐久性を提供できる静電荷現像用トナーを完成するに至った。

【0031】本発明は、着色剤と結着樹脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t=10 \times D1$ ($D1$:定着時の加熱時間)における緩和弾性率 $G'(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paの範囲、好ましくは $2.3 \times 10^2 \sim 2.8 \times 10^3$ Paの範囲に調整するのが適当である。前記緩和時間における緩和弾性率 $G'(t)$ が 2.0×10^2 Paを下回ると、十分なトナー間の凝集力が得られず、オフセット現象や特に低温側の剥離不良の要因となる。さらに、定着画像においても、折り曲げなどのストレスによる画像の欠損が発生しやすくなる。他方、緩和弾性率 $G'(t)$ が 3.0×10^3 Paを超えると、転写シートへの浸透性及び密着性が悪化し、十分な定着強度が得られなくなり、また熔融時のトナーの粘度が高くなるため、表面グロス低下及び画像ムラ等の画質低下を引き起こす要因となる。

【0032】また、本発明は動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01 secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Paにあり、かつ該緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1 secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G(r) [G'(t=0.01)/G'(t=0.1)]$ が1.0～18.0

の範囲にあるように調整するのが適当である。緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 2.0×10^2 Paを下回ると、オフセットや定着画像の表面あれ等の不都合が生じ、 3.0×10^4 Paを超えると、定着画像の光沢が得られにくいといった不都合が生ずる。また、緩和弾性率の比 $G(r) [G'(t=0.01)/G'(t=0.1)]$ が1.0を下回ると、定着画像の光沢むらが生じやすいといった不都合が生じ、18.0を超えると、定着ラチチュードが得られないといった不都合が生ずる。緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ の好ましい範囲は、 $2.3 \times 10^2 \sim 2.8 \times 10^4$ Paであり、緩和弾性率の比 $G(r) [G'(t=0.01)/G'(t=0.1)]$ の好ましい範囲は、1.0～17.0である。

【0033】本発明における緩和弾性率及び緩和時間は、正弦波振動法による周波数分散測定法により測定した動的粘弾性から求めた。動的粘弾性の測定にはレオメトリックサイエンティフィック社製ARES測定装置を用いた。動的粘弾性の測定は、トナーを錠剤に成形した後、25 mm径のパラレルプレートにセットし、ノーマルフォースを0とした後に0.1～110 rad/secの振動周波数で正弦波振動を与えた。測定は100℃から開始し、160℃まで継続した。測定時間インターバルは30秒、測定開始後の温度調整精度は ± 1.0 ℃以下とした。また、測定中各測定温度におけるひずみ量を適切に維持し、適正な測定値が得られるように適宜調整した。これらの各測定温度において得られた測定結果より緩和弾性率、緩和時間を求めた。

【0034】本発明におけるトナーの酸価は、離型剤粒子、着色剤粒子のトナー中への内包性を向上させ、安定させるばかりではなく、帯電性にも重要なものであり、10～50 mg-KOHの範囲が適当である。前記酸価が10 mg-KOH未満では、離型剤粒子、着色剤粒子の内包性、安定性が低下しやすく、帯電性も低下しやすくなる。また、50 mg-KOHを超えると、酸価を付与する成分が架橋しやすくなり、定着性が低下しやすくなる。

【0035】本発明の離型剤は、平均粒径が150～1500 nmの範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散させ、5～25重量%の範囲で含有させることにより、オイルレス定着方法における定着画像の剥離性を向上させた。好ましい範囲は、平均粒径は160～1400 nm、含有量は7～23重量%である。本発明において離型剤粒子の被覆の順序は、凝集粒子形成後、離型剤粒子を被覆し、表面修飾のための樹脂微粒子を被覆することが好ましい。

【0036】本発明の着色剤は、平均粒径が100～330 nmの範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散させ、4～15重量%の範囲で含有させることにより、発色性はもとより、OHP透過性も優れたものとなる。好ましい平均粒径は120～310 nmの範囲であり、好ましい含有量は5～14重量%の範囲である。

【0037】本発明のトナーの体積平均粒径 D_{50V} を2～9 μm の範囲に、その体積平均粒度分布指標 $GSDv_{g4v}$

(6)

特開2000-081721

D_{16v})を1.30以下に、その体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)を0.95以上にすることにより、画質の精細性に優れた画像を形成できる静電荷現像用トナーの提供を可能にした。好ましい範囲は、 D_{50v} が3~8 μm 、GSDvが1.0~1.28、(GSDv/GSDp)の比が0.95~1.2の範囲である。

【0038】本発明のトナーの体積平均粒度 D_{50v} が2 μm を下回ると、トナーの帯電性が不十分となり、現像性が低下する。また、9 μm を超えると、画像の解像性が低下する。体積平均粒度分布指標GSDvが1.30を超えると、解像性が低下し、体積平均粒度分布指標と数平均粒度分布指標の比(GSDv/GSDp)が0.95を下回ると、帯電性が低下し、トナーの飛散、カブリ等の画像欠陥の原因となる。

【0039】本発明の体積平均粒度、体積平均粒度分布指標及び数平均粒度分布指標は、例えばコールターカウンターT A-11(日科機社製)、マルチサイザーII(日科機社製)等の測定器を用いて測定することができる。粒度分布は分割された粒度範囲(チャンネル)に対し、体積、数、それぞれに小径側から累積分布を描き、累積16%となる粒度を体積平均粒度 D_{16v} 、数平均粒度 D_{16p} と定義し、また累積84%となる粒度を体積平均粒度 D_{84v} 、数平均粒度 D_{84p} と定義し、これらを用いて体積平均粒度分布指標GSDvは D_{84v}/D_{16v} より求め、数平均粒度分布指標GSDpは D_{84p}/D_{16p} より算出した。

【0040】また、本発明のトナーの形状係数SFIを110~140の範囲にすることにより、現像性、転写性に優れた静電荷現像用トナーの提供を可能にした。SFIの好ましい範囲は、SFIが110~138である。上記の形状係数SFIは、形状係数の平均値(周囲長の2乗/投影面積)であり、次の方法で算出する。スライドガラス上に散布したトナーの光学顕微鏡像をビデオカメラを通じてルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナーの、周囲長の2乗/投影面積(ML^2/A)を計算し、平均値を求めて得たものである。

【0041】本発明の静電荷現像用トナーの帯電量は、20~40 $\mu\text{C/g}$ の範囲、好ましくは20~35 $\mu\text{C/g}$ の範囲が適当である。帯電量が20 $\mu\text{C/g}$ を下回ると背景汚れ(カブリ)が発生しやすくなり、40 $\mu\text{C/g}$ を超えると画像濃度が低下しやすくなる。また、静電荷現像用トナーの夏場(高温高湿)における帯電量と冬場(低温低湿)における帯電量の比は、0.5~1.5の範囲、好ましくは0.7~1.3の範囲が適当である。この範囲を外れると帯電性の環境依存性が強く、帯電の安定性に欠けるので実用上好ましくない。

【0042】以下、本発明の静電荷現像用トナーの製造方法について詳述する。本発明に用いられる樹脂微粒子は、特に制限はないが、一般に乳化重合法などによりイオン性界面活性剤を含有する樹脂微粒子分散液を調製し、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液と混合し、

前記イオン性界面活性剤とは反対の極性を有するイオン性界面活性剤によりヘテロ凝集を生じさせることによりトナー径の凝集粒子を形成し、その後、樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・合一し、洗浄、乾燥してトナーを得る。なお、トナー形状は不定形から球形までのものが好ましく用いられる。

【0043】また、前記の凝集工程において、樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液を混合する初期の段階では、予め各極性のイオン性分散剤の量のバランスをずらしておき、ポリ塩化アルミニウム等の無機金属塩の重合体を添加してイオンの中和し、その後、ガラス転移点以下の温度で第1段階の母体凝集粒子を形成し、安定した後、第2段階としてイオンのバランスのずれを補填するような極性、量のイオン性分散剤で処理された樹脂微粒子分散液を添加し、さらに必要に応じて凝集粒子中の樹脂微粒子と追加樹脂微粒子に含まれる樹脂のガラス転移点以下でわずかに加熱して、より高い温度で安定化させたのち、ガラス転移点以上に加熱することにより凝集形成の第2段階で加えた粒子を母体凝集粒子の表面に付着させたまま合一させたものでも良い。更にこの凝集の段階的操作は複数回、くり返し実施してもよい。この2段階法は離型剤と着色剤の内包性を向上させるのに有効である。

【0044】本発明の樹脂微粒子として使用する重合体は特に制限はないが、例えば、スチレン、バクロロステレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n -プロピル、アクリル酸 n -ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 n -プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのポリオレフィン類などの単量体からなる単独重合体、又はこれらを2種以上組み合わせて得られる共重合体、さらにはこれらの混合物を挙げることができる。また、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、又は、これらと前記ビニル系樹脂との混合物や、これらの共存下でビニル系単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げることができる。

【0045】ビニル系単量体を使用する場合は、イオン性界面活性剤などを用いて乳化重合を実施して樹脂微粒子分散液を作成することができる。また、その他の樹脂の場合は、油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解するものであれば樹脂をそれらの溶剤に溶解して水中に

(7)

特開2000-081721

イオン性の界面活性剤や高分子電解質とともにホモジナイザーなどの分散機で水中に微粒子として分散させ、その後加熱又は減圧して溶剤を蒸散することにより、樹脂微粒子分散液を作成することができる。これらの分散液中の樹脂微粒子の粒径はレーザー回折式粒度分布測定装置LA-700(堀場製作所製)で測定した。

【0046】本発明に使用できる離型剤は、ASTM D3418-8に準拠して測定された主体極大ピークが50~140℃の範囲、好ましくは60~120℃の範囲にある物質が好ましい。50℃未満であると定着時にオフセットを生じやすくなる。また、140℃を超えると定着温度が高くなり、定着画像表面の平滑性が得られず光沢性を損なう。前記の主体極大ピークの測定はパーキネルマー社製のDSC-7を用いて行った。装置の検出部の温度補正はインジウムと亜鉛の融点を利用し、熱量の補正にはインジウムの融解熱を用いた。サンプルは、アルミニウム製パンを用い、対照用に空パンをセットし、昇温速度10℃/minで測定した。

【0047】離型剤として使用する具体的な物質を例示すると以下になる。ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシリコーン類、オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等のような脂肪酸アミド類やカルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等のような植物系ワックス、ミツロウのごとき動物系ワックス、モンタンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトプシワックス等のような鉱物、石油系ワックス、及びそれらの変性物などを挙げることができる。

【0048】これらのワックス類は、水中にイオン性界面活性剤、高分子酸や高分子塩基などの高分子電解質とともに分散し、融点以上に加熱しながら、ホモジナイザーや圧力吐出型分散機を用いて強い剪断を付与して微粒子化し、1μm以下の離型剤粒子の分散液を作成することができる。この分散液中の離型剤粒子の粒径は、レーザー回折式粒度分布測定装置LA-700(堀場製作所製)で測定した。

【0049】本発明に使用する着色剤は公知のものを使用でき、例えば、黒色顔料としては、カーボンブラック、酸化銅、二酸化マンガン、アニリンブラック、活性炭、非磁性フェライト、マグネタイト等が挙げられる。また、黄色顔料としては、例えば、黄鉛、亜鉛黄、黄色酸化鉄、カドミウムイエロー、クロムイエロー、ハンザイエロー、ハンザイエロー10G、ベンジジンイエローG、ベンジジンイエローGR、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーメントイエローNCG等が挙げられる。

【0050】橙色顔料としては、赤色黄鉛、モリブデンオレンジ、パーメントオレンジGTR、ピラズロンオレ

ンジ、バルカンオレンジ、ベンジジンオレンジG、インダスレンプリリアントオレンジRK、インダスレンプリリアントオレンジGK等が挙げられる。赤色顔料としては、ベンガラ、カドミウムレッド、鉛丹、硫化水銀、ウオッチャングレッド、パーマントレッド4R、リゾールレッド、プリリアンカーミン3B、プリリアンカーミン6B、デイボンオイルレッド、ピラズロンレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、エオキシニンレッド、アリザリンレーキ等が挙げられる。

10 【0051】青色顔料としては、紺青、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ビクトリアブルーレーキ、ファストスカイブルー、インダスレンブルーBC、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレートなどが挙げられる。紫色顔料としては、マンガニン紫、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキ等が挙げられる。

【0052】緑色顔料としては、酸化クロム、クロムグリーン、ピクメントグリーン、マラカイトグリーンレーキ、ファイナルイエローグリーンG等が挙げられる。白色顔料としては、亜鉛華、酸化チタン、アンチモン白、硫化亜鉛等が挙げられる。体質顔料としては、バライト粉、炭酸バリウム、クレー、シリカ、ホワイターカーボン、タルク、アルミナホワイター等が挙げられる。さらに、染料としては、塩基性、酸性、分散、直接染料等の各種染料、例えば、ニグロシン、メチレンブルー、ローズベンガル、キノリンイエロー、ウルトラマリンブルー等が挙げられる。

30 【0053】また、これらの着色剤は単独で、又は混合し、さらには固溶体の状態でも使用できる。これらの着色剤は公知の方法で分散されるが、例えば、回転せん断型ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、アトライター等のメディア式分散機、高圧対向衝突式の分散機等が好ましく用いられる。

【0054】これらの着色剤は、極性を有する界面活性剤を用い、前記ホモジナイザーによって水系に分散して使用する場合があるが、その際、酸価が10~50 mgKOHを有する体積平均粒径100 nm以下の極性樹脂微粒子を0.4~10重量%、好ましくは1.2~5.0%の範囲で添加して着色剤を被覆して使用することができる。

【0055】前記極性樹脂微粒子の酸価が10 mgKOHを下回ると、着色剤粒子のトナー中での分散性を得ることが難しく、酸価が50 mgKOHを超えると、分散性は向上するものの、前記の極性樹脂自体が高次構造を形成するため、トナーの定着特性を損なうことがある。

【0056】また、前記極性樹脂微粒子の添加・付着量が0.4%を下回ると、着色剤粒子に付着はするものの均一に付着することが難しく、その結果、トナー中での着色剤を好適に分散することが難しい。10%を超えると、

50

(8)

特開2000-081721

極性樹脂微粒子同士が過剰に凝集し、定着したOHPの透明性を損なうおそれがある。

【0057】前記極性樹脂微粒子は、公知の方法で被覆できる。具体的には、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて着色剤粒子分散液を作製した後、これに極性樹脂微粒子を添加・付着させる。また、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて分散させた後、前記極性樹脂微粒子を添加し、さらにホモジナイズして着色剤粒子に付着させても構わない。さらにまた、前記極性樹脂微粒子は、着色剤粒子分散液に一括して添加してもよいし、段階的に添加しても構わないが、付着性の観点から滴下しながら徐々に添加するのが好ましい。なお、この分散液中の着色剤粒子の粒径は、レーザー回折式粒度分布測定装置LA-700（堀場製作所製）で測定した。

【0058】本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、耐水性、OHP透過性、トナー中での分散性の観点から選択される。着色剤の添加量は、トナーの樹脂100重量%に対して1~20重量%の範囲で添加される。黒色着色剤として磁性体を用いるときには、他の着色剤とは異なり、30~100重量%の範囲で添加される。

【0059】本発明のトナーを磁性トナーとして用いる場合は、結着樹脂中に磁性粉を含有させてもよい。このような磁性粉としては、磁場中で磁化される物質を用いる。具体的には、鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性粉末、又はフェライト、マグネタイト等化合物を使用できる。特に、本発明では、水層中でトナーを得るために、磁性体の水層移行性に注意を払う必要があり、好ましくは表面改質、例えば疎水化処理等を施しておくのが好ましい。

【0060】本発明では、トナーの帯電性を一層向上させ安定化させるために帯電制御剤を配合することができる。帯電制御剤としては4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料や、トリフェニルメタン系顔料などを使用することができるが、凝集や融合・合一時の安定性に影響するイオン強度の制御、廃水の汚染低減のためには、水に溶解しにくい材料の方がよい。

【0061】本発明では、トナーの帯電性安定化のために、湿式で無機微粒子を添加することができる。無機微粒子の例としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど、通常トナー表面の外添剤として使用される全てのものを、イオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基に分散して使用することができる。

【0062】また、流動性付与やクリーニング性向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウムなどの無機微粒子や、ビニル系樹脂、ポリエステル、シリコンなどの樹脂微粒子を乾燥状態で剪断力を

かけてトナー表面に添加して流動性助剤やクリーニング助剤として用いることができる。

【0063】本発明のトナーの製造方法において、樹脂微粒子の乳化重合、着色剤の分散、樹脂微粒子の添加分散、離型剤の分散、それらの凝集、又は、その安定化などの目的で用いる界面活性剤を例示すると、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン性界面活性剤、及びアミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン性界面活性剤を使用することができる。また、ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤を併用することも効果的である。これらの分散手段としては、回転剪断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般的なものを使用できる。

【0064】また、本発明では、極性樹脂微粒子で被覆した着色剤粒子を用いる場合、樹脂と着色剤を溶剤（水、界面活性剤、アルコールなど）中に溶解分散した後、上記のような適当な分散剤（活性剤を含む）と共に水中に分散させ、加熱、減圧して溶剤を除去して得る方法や、乳化重合により作成された樹脂微粒子表面に機械的な剪断力、又は電気的な吸着力で着色剤粒子を固定化する方法などを採用することができる。これらの方法は、凝集粒子に添加される着色剤の遊離を抑制したり、帯電性の着色剤依存性を改善することに有効である。

【0065】本発明では、融合・合一の終了後、任意の洗浄工程、固液分離工程、乾燥工程を経て所望のトナーを得ることができるが、洗浄工程は、帯電性を発現・維持するため、十分にイオン交換水による置換洗浄を施すことが好ましい。また、固液分離工程は、特に制限はないが、生産性の点から吸引濾過、加圧濾過等が好ましく用いられる。さらに乾燥工程も特に制限はないが、生産性の点から凍結乾燥、フラッシュジェット乾燥、流動乾燥、振動型流動乾燥等が好ましく用いられる。

【0066】以上、本発明について説明したが、本発明の特に好ましい態様を説明すると以下のとおりである。本発明は、少なくとも1 μ m以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液を混合し、樹脂微粒子と着色剤粒子の凝集粒子分散液を形成した後、これを前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度で加熱して融合・合一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、トナー酸価を10~50 mg-KOHとし、動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t=10 \times D1$ （D1:定着時の加熱時間）における緩和弾性率 $G'(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paの範囲にするか、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Paの範囲にあり、かつ緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1secにおける緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G'(t=0.01)/G'(t=0.1)$ が1.0~18.0の範囲にすることにより、剥離

(9)

特開2000-081721

性、定着像付着性、定着像折り曲げ耐性、トナー内離型剤分散性、OHP 透明性等の定着特性に優れ、高画質定着画像耐久性を有する静電荷現像用トナー、及びその製造方法の特徴とする。

【0067】即ち、少なくとも1 μ m以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び離型剤粒子分散液を加えて混合し、無機金属塩の重合体を添加して樹脂微粒子と着色剤粒子の凝集体を形成した後、アルカリ下で前記凝集を停止し、次いで、これを前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度で加熱して融合・合一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、トナー酸価を10~50 mg-KOH とし、透過型電子顕微鏡(TEM)により測定される着色剤粒子の中心粒径を100~330 nm の範囲に着色剤粒子を分散した状態で4~15重量%の範囲で含有させ、かつ動的粘弾性測定より求めた緩和時間 $t=10 \times D1$ (D1:定着時の加熱時間)における緩和弾性率 $G(t)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^3$ Paの範囲にするか、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01secにおける緩和弾性率 $G(t=0.01)$ が $2.0 \times 10^2 \sim 3.0 \times 10^4$ Paの範囲にあり、かつ緩和弾性率 $G(t=0.01)$ と緩和時間0.1secにおける緩和弾性率 $G(t=0.1)$ との比 $G(t)$ [G

(樹脂微粒子分散液の調製)

スチレン
n-ブチルアクリレート
アクリル酸
ドデカンチオール
四臭化炭素

上記の成分を混合溶解し、他方、非イオン性界面活性剤ノニポール400(花王社製) 6g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬社製) 10gをイオン交換水500gに溶解したものをフラスコ中に収容し、上記の混合溶液を添加して分散し乳化して、10分間ゆっくりと攪拌・混合しながら、過硫酸アンモニウム4gを溶解したイオン交換水溶液50gを投入した。次いで、系内を十分

(着色剤粒子被覆用極性樹脂微粒子の調製)

アクリル酸
アクリル酸エチル
スチレン

上記の成分を混合溶解し、他方、非イオン性界面活性剤ノニポール400(花王社製) 6g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬社製) 10gをイオン交換水550gに溶解した溶液をフラスコに収容し、上記の混合溶液を添加して分散、乳化し、10分間ゆっくりと攪拌・混合しながら、過硫酸アンモニウム1gを溶解したイオン交換水50gを投入した。次いで、系内を空素で十分に

(着色剤粒子分散液の調製1)

黄色顔料PY180(クラリアントジャパン社製)
非イオン性界面活性剤ノニポール400(花王社製)
イオン交換水

上記成分を混合溶解し、ホモジナイザー(IKA社製ウル 50 トラタラックス)により10分間分散し、中心粒径168nm

($t=0.01$)/ $G(t=0.1)$]が1.0~18.0の範囲にすることにより、トナーの定着時の熔融挙動の制御を可能とし、被定着シートの剥離性、定着像付着性、定着像折り曲げ耐性に優れ、かつトナー構成材料の構造形成抑制により、トナー内離型剤粒子及び着色剤粒子の分散性・内包性の高い画質精細性に優れた静電荷現像用トナー、及びその製造方法の特徴とする。

【0068】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳しく説明するが、これらにより本発明は限定されるものではない。本発明のトナーは、次の方法で製造した。即ち、下記の樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液をそれぞれ調製し、これを所定量混合攪拌しながら、無機金属塩の重合体を添加してイオン的に中和し、上記各粒子の凝集体を形成した。無機金属塩で系内のpHを弱酸性から中性に調整した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱し、融合・合一させた。その後、十分な洗浄・固液分離・乾燥の工程を経て所望のトナーを得た。以下に、それぞれの材料の調整方法、凝集粒子の作成方法の具体例を示す。

【0069】

320重量部
80重量部
6重量部
20重量部
4重量部

に空素で置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルバスで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。これにより樹脂微粒子の中心粒径160nm、ガラス転移点58℃、重量平均分子量Mw35000のアニオン性樹脂微粒子分散液を得た。

【0070】

6重量部
70重量部
24重量部

置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルバスで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。これにより極性樹脂微粒子の中心粒径60nm、ガラス転移点-8℃、Mw120000のカチオン性樹脂微粒子分散液を得た。この極性樹脂微粒子の酸価は40mgであった。

【0071】

50重量部
5重量部
200重量部

50 トラタラックス)により10分間分散し、中心粒径168nm

(10)

特開2000-081781

の着色剤粒子分散液を得た。さらにこれに酸価40mgKOH、粒径60nmの極性樹脂粒子0.47重量部を注意深く滴下し、再度ホモジナイザー（IKE 社製ウルトラタラックス）で5分間処理し、付着させた。この着色剤粒子を乾燥させSEMで観察したところ、着色剤の周囲に均一に極性樹脂微粒子が付着していることが観察された。この着色剤分散粒子径は175nmであった。

【0072】（着色剤粒子分散液の調製2）着色剤にシアン顔料（銅フタロシアニンB15:3：大日精化社製）を用いた以外は材料の着色剤粒子分散液の調製1と同様に中心粒径167nmの着色剤粒子を分散した分散液を得た。

【0073】（着色剤粒子分散液の調製3）着色剤にマ（離型剤粒子分散液の調製1）

パラフィンワックスHNP0190（融点85℃、日本精細社製）

50重量部

カチオン性界面活性剤サニゾールB50（花王社製）

5重量部

イオン交換水

200重量部

上記成分を95℃に加熱して、IKE 社製ウルトラタラックスT50で十分に分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、中心粒径180nmの離型剤粒子分散液を得

た。

【0077】

【実施例1】

上記樹脂微粒子分散液

200重量部

上記着色剤粒子分散液の調製1

80重量部

上記離型剤粒子分散液

50重量部

ポリ塩化アルミニウム

1.23重量部

上記の成分を丸型ステンレス製フラスコ中でIKE 社製のウルトラタラックスT50を用い十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら51℃まで加熱した。51℃で60分保持した後、ここに上記と同じ樹脂微粒子分散液を緩やかに60重量部追加した。

【0078】その後、濃度0.5mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液を用いて系内のpHを6.5に調整した後、ステンレス製フラスコを密閉し、攪拌軸のシールを磁力シールして攪拌を継続しながら97℃まで加熱して3時間保持した。反応終了後、冷却し、濾過、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引濾過により固液分離を行った。これをさらに40℃のイオン交換水3Lを用いて再分散し、15分間300rpmで攪拌・洗浄した。この洗浄操作をさらに5回繰り返し、濾液のpHが6.54、電気伝導度6.4μS/cm、表面張力が71.2mN/mとなったところで、ヌッチェ式吸引濾過によりNo.5Aろ紙を用いて固液分離を行った。次いで真空乾燥を12時間継続してトナーを得た。

【0079】この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ6.2μm、体積平均粒度分布指標GSDvは1.20であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.10であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は130で丸みを帯びたポテト形状であることが観

ゼンタ顔料（PR122：大日インキ化学社製）を用いた以外は着色剤粒子分散液の調製1と同様に中心粒径186nmの着色剤粒子を分散した分散液を得た。

【0074】（着色剤粒子分散液の調製4）着色剤に黒顔料（カーボンブラック：キャボット社製）を用いた以外は着色剤粒子分散液の調製1と同様に中心粒径159nmの着色剤粒子を分散した分散液を得た。

【0075】（着色剤粒子分散液の調製5）極性樹脂微粒子の添加を省略した以外は着色剤粒子分散液の調製1と同様に中心粒径168nmの着色剤粒子を分散した分散液を得た。

【0076】

た。

【0077】

察された。透過型電子顕微鏡観察（SEM）のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は200nm、着色剤粒子の中心粒径は176nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ18mg-KOHであった。

【0080】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間100msec、定着温度160℃における緩和弾性率 G'

(1)が 2.9×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 5.1×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(t)/G'(t=0.1)$ が17.8であって、トナー内において着色剤粒子及び離型剤粒子が凝集による構造を生じてお

ず、良好な分散状態を示した。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-27 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-24 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0081】（実施例2）実施例1において、着色剤分散液を調製1で作製したものを、離型剤5重量%、凝集終了時のpHを6.5から4.2に変更した以外は実施例1と同様にトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ6.0μm、体積平均粒度分布指標GSDvは1.22であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.10であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は130で丸みを帯びたポテト形状であることが観

Dpとの比(GSDv/GSDp)は1.01であった。

【0082】また、上記ルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SFIは112で球形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は360 nm、着色剤粒子の中心粒径は194 nmであった。このトナーの酸価を測定したところ19mgKOHであった。

【0083】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間40msec、定着温度150℃における緩和弾性率G'(t)が 8.1×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)が 7.2×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G'(t=0.1)と比G'(r)が3.6であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-29 μ C/g、10℃、30%RH環境で-30 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境でも-25 μ C/gと良好な帯電性を示した。

【0084】【実施例3】実施例1において、着色剤分散液を調製1で作製したものを、凝集終了時のpHを6.5から7.2に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径D₅₀をコールターカウンターで測定したところ5.7 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.19であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は0.99であった。

【0085】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SFIは140でポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は180 nm、着色剤粒子の中心粒径は175 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ18mgKOHであった。

【0086】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間240msec、定着温度160℃における緩和弾性率G'(t)が 2.8×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)が 5.8×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G'(t=0.1)と比G'(r)が3.2であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-28 μ C/g、10℃、30%RH環境で-32 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境でも-27 μ C/gと良好な帯電性を示した。

【0087】【実施例4】実施例1の着色剤分散液の調製1において、極性樹脂微粒子分散液の添加量を0.47重量部から5.0重量部に変更し、着色剤量を15重量%とした以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時

のトナーの体積平均粒径D₅₀をコールターカウンターで測定したところ5.7 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.19であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.03であった。

【0088】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SFIは131で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は240 nm、着色剤粒子の中心粒径は160 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ49.9mgKOHであった。

【0089】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間15msec、定着温度160℃における緩和弾性率G'(t)が 2.4×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)が 7.3×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G'(t=0.1)と比G'(r)が13.0であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-30 μ C/g、10℃、30%RH環境で-31 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境でも-28 μ C/gと良好な帯電性を示した。

【0090】【実施例5】実施例1の着色剤分散液の調製1において、極性樹脂微粒子分散液の添加量を0.47重量部から2.5重量部に変更し、離型剤量を25重量%、着色剤量を15重量%とした以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径D₅₀をコールターカウンターで測定したところ5.7 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.20であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.0であった。

【0091】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SFIは131で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は240 nm、着色剤粒子の中心粒径は160 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ38mgKOHであった。

【0092】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間230msec、定着温度160℃における緩和弾性率G'(t)が 4.8×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)が 1.1×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率G'(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G'(t=0.1)の比G'(r)が5.5であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成さ

(12)

特開2000-081721

れていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $-32 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-36 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH 環境でも $-28 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0093】〔実施例6〕実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製3で作製したものに変更し、着色剤量を4.5重量%とした以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ $5.9 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GSDv は1.18であった。また、体積平均粒度分布指標 GSDv と数平均粒度分布指標 GSDp との比 $(\text{GSDv}/\text{GSDp})$ は1.00であった。

【0094】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は134で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は260 nm、着色剤粒子の中心粒径は172 nmであった。このトナーの酸価を測定したところ19mg KOHであった。

【0095】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間28 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が $4.3 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $2.2 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(r)$ が6.0であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $-28 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-30 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH 環境でも $-25 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0096】〔実施例7〕実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製4で作製したものに変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ $6.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GSDv は1.22であった。また、体積平均粒度分布指標 GSDv と数平均粒度分布指標 GSDp との比 $(\text{GSDv}/\text{GSDp})$ は0.94であった。

【0097】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は130で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は255 nm、着色剤粒子の中心粒径は198 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ19mg KOHであった。

【0098】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間31 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が $6.1 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾

性率 $G'(t=0.01)$ が $9.8 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(r)$ が5.0であって、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-33 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH 環境でも $-27 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0099】〔実施例8〕実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製4で作製したものに変更し、その量を5重量%にした以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ $6.5 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GSDv は1.24であった。また、体積平均粒度分布指標 GSDv と数平均粒度分布指標 GSDp との比 $(\text{GSDv}/\text{GSDp})$ は1.25であった。

【0100】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は131で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は260 nm、着色剤粒子の中心粒径は121 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ22mg KOHであった。

【0101】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間60 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が $8.0 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $3.6 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(r)$ が4.3であって、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で $-25 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH 環境で $-25 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH 環境でも $-22 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0102】〔実施例9〕実施例1の着色剤分散液を調製1で作製したものを用い、凝集条件を97℃、3時間を41℃、18時間に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコーンカウンターで測定したところ $4.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 GSDv は1.23であった。また、体積平均粒度分布指標 GSDv と数平均粒度分布指標 GSDp との比 $(\text{GSDv}/\text{GSDp})$ は1.29であった。

【0103】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は129で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は180 nm、着色剤粒子の中心粒径は11

(13)

特開2000-081721

5 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ17mgKOHであった。

【0104】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着時間40 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 G' (t)が 9.2×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)が 2.1×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 G' ($t=0.1$)の比 $G'(r)$ が1.1であった。トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子が凝集体になっておらず、よく分散された状態にあることが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-25 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-25 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-22 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0105】〔実施例10〕実施例1の着色剤分散液の調製において、着色剤分散液の配合量を80重量部から15重量部に、極性樹脂微粒子分散液の添加量を0.47重量部から2.5重量部に変更した以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $5.8 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標GSDvは1.23であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は0.96であった。

【0106】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SP1は130で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は270 nm、着色剤粒子の中心粒径は183 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ14mgKOHであった。

【0107】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間48 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 G' (t)が 7.8×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)が 6.3×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 G' ($t=0.1$)と比 $G'(r)$ が3.2であり、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-28 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-30 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-25 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0108】〔実施例11〕実施例1において、凝集条件を51℃、60分間から61℃、60分間に、凝集終了時の系のpHを6.5から5.8に、融合・合一条件を97℃、3時間から97℃、10時間に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $7.4 \mu\text{m}$ 、体

積平均粒度分布指標GSDvは1.22であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.14であった。

【0109】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SP1は118で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は730 nm、着色剤粒子の中心粒径は18 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ17mgKOHであった。

【0110】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間35 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 G' (t)が 7.2×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)が 5.1×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 G' ($t=0.1$)の比 $G'(r)$ は1.30であり、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-27 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環境でも $-23 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0111】〔実施例12〕実施例1の着色剤分散液の調製において、着色剤分散液の配合量を80重量部から5重量部に変更した以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $6.2 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標GSDvは1.21であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は0.93であった。

【0112】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SP1は134で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は730 nm、着色剤粒子の中心粒径は188 nmであり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ16mgKOHであった。

【0113】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間26 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 G' (t)が 2.0×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)が 2.4×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 G' ($t=0.01$)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 G' ($t=0.1$)と比 $G'(r)$ が1.1であり、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で $-26 \mu\text{C/g}$ 、10℃、30%RH環境で $-29 \mu\text{C/g}$ 、さらに、28℃、85%RH環

(14)

特開2000-081721

境でも $-24 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0114】〔実施例13〕実施例1において、離形剤分散液の添加量を50重量部から25重量部に変更し、凝集時間を1時間から4時間に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $9.0 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ は1.24であった。また、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ と数平均粒度分布指標 $GSDp$ との比($GSDv/GSDp$)は0.86であった。

【0115】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は137で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は 360 nm 、着色剤粒子の中心粒径は 197 nm であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ 21 mgKOH であった。

【0116】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間 45 msec 、定着温度 150°C における緩和弾性率 $G'(t)$ が $1.7 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $9.5 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間 0.1 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(t)/G'(t=0.1)$ が 10.1 であって、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ 23°C 、 $60\% \text{ RH}$ 環境で $-26 \mu\text{C/g}$ 、 10°C 、 $30\% \text{ RH}$ 環境で $-28 \mu\text{C/g}$ 、さらに、 28°C 、 $85\% \text{ RH}$ 環境でも $-25 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0117】〔実施例14〕実施例1において、離形剤分散液の添加量を50重量部から5重量部に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $6.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ は1.21であった。また、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ と数平均粒度分布指標 $GSDp$ との比($GSDv/GSDp$)は1.11であった。

【0118】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は129で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は 240 nm 、着色剤粒子の中心粒径は 173 nm であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ 12 mgKOH であった。

【0119】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間 60 msec 、定着温度 160°C における緩和弾性率 $G'(t)$ が $9.6 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $9.6 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間 0.1 秒にお

ける緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(t)/G'(t=0.1)$ は 3.4 であって、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ 23°C 、 $60\% \text{ RH}$ 環境で $-27 \mu\text{C/g}$ 、 10°C 、 $30\% \text{ RH}$ 環境で $-28 \mu\text{C/g}$ 、さらに、 28°C 、 $85\% \text{ RH}$ 環境でも $-27 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0120】〔比較例1〕実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製5(着色剤への極性樹脂粒子の被覆を省略)で作製したものに變更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $6.8 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ は1.22であった。また、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ と数平均粒度分布指標 $GSDp$ との比($GSDv/GSDp$)は1.01であった。

【0121】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は133で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が一部凝集しており、その算術平均中心粒径は 1890 nm 、着色剤粒子の中心粒径は 270 nm であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ 9.8 mgKOH であった。

【0122】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間 60 msec 、定着温度 160°C における緩和弾性率 $G'(t)$ が $4.8 \times 10^3 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が $4.2 \times 10^2 \text{ Pa}$ であり、緩和時間 0.01 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間 0.1 秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ の比 $G'(t)/G'(t=0.1)$ が 0.8 であって、トナー内部においては着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成されていることが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ 23°C 、 $60\% \text{ RH}$ 環境で $-24 \mu\text{C/g}$ 、 10°C 、 $30\% \text{ RH}$ 環境で $-39 \mu\text{C/g}$ 、さらに、 28°C 、 $85\% \text{ RH}$ 環境でも $-26 \mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示した。

【0123】〔比較例2〕実施例1において、着色剤分散液(調製1)の添加量を80重量部から16.5重量部に、樹脂粒子分散液の追加量を60重量部から15重量部に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ $8.1 \mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ は1.25であった。また、体積平均粒度分布指標 $GSDv$ と数平均粒度分布指標 $GSDp$ との比($GSDv/GSDp$)は1.27であった。

【0124】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SFI は140で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離形剤粒子が分散されていたが、極性樹脂粒子の凝集体が生成していた。また、離形剤の算術平均中心粒径は 270 nm 、着色剤粒子の中心粒径は 191 nm であり、着色剤粒子

(15)

特開2000-081721

分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ61mgKOHであった。

【0125】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間270msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が 1.8×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 5.3×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G'(r)$ は25.5であった。このトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60%RH環境で-41 μ C/g、10℃、30%RH環境で-53 μ C/g、さらに28℃、85%RH環境でも-18 μ C/gを示した。

【0126】【比較例3】実施例1の着色剤分散液の調製において、樹脂微粒子分散液の追加量を80重量部から0.2重量部に、凝集終了時のpHを3.6に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ9.2 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.27であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.34であった。

【0127】また、上記ルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は108で球形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が一部凝集しており、その算術平均中心粒径は2730nmであった。なお、着色剤粒子の中心粒径は370nmであった。このトナーの酸価を測定したところ16mgKOHであった。

【0128】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間40 msec、定着温度160℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が 3.4×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 8.1×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G'(r)$ は0.9であった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-30 μ C/g、10℃、30%RH環境で-62 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境でも-26 μ C/gを示した。

【0129】【比較例4】実施例1において、離型剤分散液の添加量を50重量部から27重量部に、凝集終了時のpHを6.5から7.2に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ7.3 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.31であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.25であった。

【0130】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は145で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤が一部凝集しており、その算術平均中心粒径は1660nmであった。また、着色剤粒子の中心粒径は390nmであ

り、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ19mgKOHであった。

【0131】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間100msec、定着温度160℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が 3.1×10^2 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 9.3×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G'(r)$ は30.0であり、トナー内部において着色剤粒子、離型剤粒子の構造が形成されていることが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60%RH環境で-17 μ C/g、10℃、30%RH環境で-21 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境で-14 μ C/gと低い帯電性を示した。

【0132】【比較例5】実施例1において、離型剤分散液の添加量を50重量部から3.5重量部に、凝集条件を51℃、80分から41℃、30分に、融合・合一温度を97℃から83℃に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径 D_{50} をコールターカウンターで測定したところ2.7 μ m、体積平均粒度分布指標GSDvは1.34であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp)は1.37であった。

【0133】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は144で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤が分散しており、その算術平均中心粒径は100nm、着色剤粒子の中心粒径は178nmであった。このトナーの酸価を測定したところ15.5mgKOHであった。

【0134】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間30 msec、定着温度150℃における緩和弾性率 $G'(t)$ が 5.1×10^3 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ が 7.2×10^4 Paであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性率 $G'(t=0.01)$ と緩和時間0.1秒における緩和弾性率 $G'(t=0.1)$ との比 $G'(r)$ は19.2であった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-17 μ C/g、10℃、30%RH環境で-20 μ C/g、さらに、28℃、85%RH環境で-11 μ C/gと低い帯電性を示した。

【0135】(現像剤の調製)実施例1～14及び比較例1～5で得たトナーを50gに対して、疎水性シリカ(キャボット社製、TS 720)0.5重量%を添加し、サンブルミルで混合して外添トナーを得た。他方、ポリメタクリレート(総研化学社製)を1重量%コートした平均粒径50 μ mのフェライトキャリアを用意し、上記の外添トナー濃度が5%になるように秤量してボールミルで5分間攪拌混合して実施例1～14及び比較例1～5の現像剤を得た。

【0136】(評価方法)

50

(16)

特開2000-081721

①剥離力の測定

剥離力の測定は、A-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置を用いて、オイルレス定着法で被定着体のJIS S紙上に定着を行った後、以下の手順で剥離試験を行った。

定着装置の準備

(1) A-Color935（富士ゼロックス社製）に用いているのと同型の金属製の剥離爪（図1参照）を作製し、その剥離爪の斜線部分を切り欠き、歪みゲージ（株）共和電業社製：KFG-1-120-CI-16）を接合した。

(2) 分銅を用いて剥離爪にかかる荷重と爪の歪みの関係を求め、換算曲線を作成した。

(3) 加熱ロールの中央部分に、図2のようにロールの周

- F ≤ 20gf : 被定着体は定着ロールから何等問題無く剥離する。
 20gf < F ≤ 35gf : 剥離は可能であるが、剥離のストレスで画像むら等欠損が発生する。
 35gf < F ≤ 50gf : 剥離が不安定になり、一部定着ロールへの巻き付きが発生する。
 50gf < F : 被定着体は剥離不能となり、全て定着ロールに巻き付いてしまう。

【0138】②オフセット温度の測定

A-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置を用いて測定した。加熱ロール温度を150℃から200℃まで5℃づつ昇温させ、オフセットの発生を目視で確認し、発生した時の温度をオフセット温度とした。本試験において、未発生と表記したものは200℃までオフセットが発生しなかったものである。

【0139】③定着画像の折り曲げ耐性

A-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置を用いて定着画像を作成し、その後、定着画像に折り曲げストレスを加え、画像の欠損の度合いを目視で判定した。判定基準は以下のとおりである。

- G1：定着画像に欠損は発生しない。
 G2：折り目に極微量の欠損が認められたが、実用上問

に沿って幅4mm、深さ1mmの溝を切った。

(4) 上記のように加工した加熱ロールをA-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置にセットし、さらにその溝中に先端部分が入り、且つ加熱ロール本体には接触しないように、定着装置本体に剥離爪を固定した。（図3参照）

【0137】剥離力の測定

前項(4)でセッティングしたA-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置に未定着画像を通し、その際の剥

- 10 離爪の歪みを歪みゲージに接続した動歪み測定器（株）共和電業社製：DMP-711B）で読み取って、前項(2)で作成した換算曲線より剥離力を求めた。剥離力Fの判定基準は以下のとおりである。

題の無いレベルである。

G3：目視ではっきりと確認できる程度の画像欠損が発生する。

G4：折り目を中心に著しい画像欠落が発生する。

【0140】④画質試験

実施例1～14及び比較例1～5の現像剤並びにAcolor用上質紙及びAcolor用OHPシートをA-Color935（富士ゼロックス社製）改造定着装置に適用して定着画像を作成して、目視により画像の鮮明性、トナーの飛散、カブリ、及び表面光沢性を評価した。また、定着体をOHPシートに代えて定着画像を作成し、OHPの透明性を評価した。評価の結果は表1～4に示した。

【0141】

【表1】

(17)

特開2000-081721

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
定着時間 (msec)	100	40	240	18	230
定着温度 (°C)	160	150	160	160	160
緩和率 (%)	2.9×10^3	8.1×10^3	2.8×10^3	2.4×10^3	4.8×10^3
緩和率 $G(t=0.01)/G(t=0.1)$	5.1×10^3 17.8	7.2×10^3 3.6	5.8×10^3 3.2	7.3×10^3 13.0	1.1×10^4 5.5
トナーの微細径 (nm)	18	18	18	49.9	38
顔料剤の中心粒径 (nm)	200	360	180	240	240
含有量 (重量%)	10	5	10	10	25
着色剤の中心粒径 (nm)	175	184	175	160	160
含有量 (重量%)	8	10	6	6	15
トナーの D ₅₀	6.2	6.0	5.7	5.7	6.7
GSD _v	1.20	1.22	1.19	1.19	1.20
GSD _w /GSD _v	1.10	1.01	0.99	1.03	1.00
トナーの SFI	130	112	140	131	131
トナーの帯電率 (μC/g)					
23°C 65%RH	-27	-29	-28	-30	-32
10°C 30%RH	-23	-30	-32	-31	-36
25°C 85%RH	-24	-25	-27	-28	-28
耐擦力 F	19	18	20	16	15
オフセット温度 (°C)	200 超	200 超	200 超	200 超	200 超
折り曲げ耐性	G1	G1	G1	G1	G1
画像の鮮明性	○	○	○	○	○
トナー飛散	○	○	○	○	○
カブリ	○	○	○	○	○
OH P 透過性	○	○	○	○	○
顔料剤分散性	○	○	○	○	○
着色剤分散性	○	○	○	○	○
表面光沢性	○	○	○	○	○

【0142】

30 【表 2】

(18)

特開2000-081721

	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10
定着時間(msec)	28	31	60	40	48
定着温度(°C)	160	150	150	150	160
緩和弾性率(Pa)	4.3×10^4	6.1×10^3	8.0×10^4	9.2×10^4	7.8×10^3
緩和弾性率 $G(t=0.01)/G(t=0.1)$	2.2×10^4 6.0	8.8×10^3 5.0	3.6×10^4 4.3	2.1×10^4 1.1	6.3×10^3 3.2
トナーの総量(mg-KD)	18	19	22	17	14
顔料剤の中心粒径(nm)	260	255	260	180	270
含有量(重量%)	10	10	10	10	10
着色剤の中心粒径(nm)	172	196	121	115	183
含有量(重量%)	4.5	6.5	5	6	6
トナーの D_{50}	5.9	6.1	6.5	4.1	5.8
GSDv	1.18	1.22	1.24	1.23	1.23
GSDw/GSDp	1.00	0.94	1.25	1.29	0.98
トナーのSP1	134	130	131	129	130
トナーの帯電量($\mu C/g$)					
25°C30%RH	-28	-29	-25	-25	-28
10°C30%RH	-30	-33	-25	-25	-30
25°C50%RH	-25	-27	-22	-22	-25
耐擦力F	16	18	15	18	10
オフセット温度(°C)	200超	200超	200超	200超	200超
折り曲げ耐性	G1	G1	G1	G1	G1
画像の鮮明性	○	○	○	○	○
トナー飛散	○	○	○	○	○
カブリ	○	○	○	○	○
OHP透明性	○	○	○	○	○
顔料剤分散性	○	○	○	○	○
着色剤分散性	○	○	○	○	○
表面光沢性	○	○	○	○	○

【0143】

30 【表3】

(19)

特開2000-081721

	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14
定着時間(nsec)	35	26	45	60
定着温度(°C)	150	160	150	160
録和汚性率(Pa)	7.2×10^3	2.0×10^3	1.7×10^3	9.6×10^3
録和汚性率G(t=0.01) G(t=0.01)/G(t=0.1)	5.1×10^3 1.3	2.4×10^3 1.1	8.6×10^3 10.1	5.8×10^3 3.4
トナーの酸価(mg-KOH)	17	16	21	12
解剤剤の中心粒径(nm)	730	730	360	240
含有量(重量%)	10	10	5.2	10
着色剤の中心粒径(nm)	188	188	197	173
含有量(重量%)	6.5	6	6.5	6.5
トナーのD ₅₀	7.4	8.2	8.0	6.1
GSDv	1.22	1.21	1.24	1.21
GSDw/GSDp	1.14	0.98	0.86	1.11
トナーのSFI	118	134	137	129
トナーの帯電量(μC/g)				
23°C68%RH	-27	-26	-26	-27
10°C30%RH	-29	-29	-28	-28
28°C85%RH	-23	-24	-25	-27
耐擦力F	8	7	12	22
オフセット温度(°C)	200超	200超	200超	200超
折り曲げ耐性	G2	G2	G2	G1
画像の鮮明性	○	○	○	○
トナー飛散	○	○	○	○
カブリ	○	○	○	○
OHP透明性	○	○	○	○
解剤剤分散性	○	○	○	○
着色剤分散性	○	○	○	○
表面光沢性	○	○	○	○

【0144】

【表4】

(20)

特開2000-081721

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
定着時間(msec)	80	270	40	100	30
定着温度(°C)	160	150	160	160	150
線粗率(%)	4.8×10^4	1.8×10^4	3.4×10^4	3.1×10^4	5.1×10^4
顔料特性がG(1=0.01) G(1=0.01)/G(1=0.1)	4.2×10^2 0.8	5.9×10^4 25.5	8.1×10^4 0.9	9.3×10^4 30.0	7.2×10^4 19.2
トナーの濃度(μg-RD)	9.8	81	16	19	15.5
顔料剤の中心粒径(nm)	1300	270	2730	1860	100
含有量(重量%)	10	4.5	10	3.0	5.0
着色剤の中心粒径(nm)	270	191	270	390	178
含有量(重量%)	6.5	8.5	8.5	6.5	6.0
トナーの Q_{50V} 650V GSDv/GSDp	6.8 1.22 1.01	8.1 1.25 1.27	9.2 1.27 1.34	7.3 1.31 1.25	2.7 1.34 1.37
トナーのGPI	133	140	108	145	144
トナーの帯電量(μC/g) 23°C65%RH 10°C30%RH 25°C65%RH	-24 -39 -26	-41 -53 -18	-30 -82 -28	-17 -21 -14	-17 -20 -11
剥離力F	29	53	42	26	158
オフセット温度(°C)	180	180	180	175	160
折り曲げ耐性	G3	G1	G3	G4	G1
画像の鮮明性	○	× ^{a)}	× ^{a)}	× ^{a)}	× ^{a)}
トナー飛散	○	○	○	× ^{a)}	×
カブリ	○ ^{a)}	○	○	× ^{a)}	×
OHP透明性	透過光量低	像やや黒み	像やや黒み	やや黒み	黒み
解像剤分散性	×	×	×	×	×
着色剤分散性	×	×	×	×	×
表面光沢性	○	○	×	×	×
備考	*) 高温高湿でカブリ発生	*) 画像濃度低下、高湿高湿でカブリ発生	*) 低温低湿で画像濃度低下	*) 高温高湿環境下画像不鮮明、トナー飛散、カブリ発生	*) 画像濃度低下

【0145】(結果)表1~4より明らかなように、実施例1~14のトナーを用いて定着画像を作成したときには、いずれも画像は鮮明であり、トナーの飛散、カブリ等の欠陥を全く認めることができなかった。また、上記のトナーの定着性をA-Color935(富士ゼロックス社製)改造定着装置を用いて調べたところ、パーフルオロアルコキシエーテル(PFA)チューブローラーによる剥離性、光沢性(グロス)は全て良好であり、定着ローラーから定着用シートを何ら抵抗を受けることなく剥離することができた。そして、定着シートの表面光沢性も良好であった。さらに、実施例1~8のトナーをOHPシートに適用して上記と同様に定着画像を作成したところ、OHPシートの透明性も良好であり、濁りのない透過像を得ることができた。

【0146】比較例1のトナーを上記と同様に適用すると、着色剤の内包性が不十分であり、高温高湿の環境においては帯電に悪影響を及ぼした。また、オフセット現象と低温側の剥離不良が発生した。さらに、比較例1のトナーをOHPシートに適用すると、OHP画像は透過光量が内部の光散乱で減少し、投影像の精細性がやや低

下していることが観察された。

【0147】比較例2のトナーを上記と同様に適用すると、通常的环境及び低温低湿の環境で帯電量が高く、画像濃度が低いものであった。また、高温高湿環境下では帯電量の低下がみられ、カブリが発生した。さらに、剥離性については、オフセット現象や、低温側の剥離不良が観察された。比較例2のトナーをOHPシートに適用すると、OHP画像はやや黒みを帯びていることが観察された。

【0148】比較例3のトナーを上記と同様に適用すると、通常的环境、低温低湿の環境で帯電量が高く、画像濃度が低いものであった。また、表面光沢度は不均一であった。剥離性については、オフセット現象や低温側の剥離不良が観察された。さらに、比較例3のトナーをOHPシートに適用すると、OHP画像は黒みを帯びていることが観察された。

【0149】比較例4のトナーを上記と同様に適用すると、すべての環境において、帯電が低く、かぶり、トナー飛散が発生し、鮮明な画像は得られなかった。また、剥離性は良好であったが、定着画像の折り曲げ耐性が著

(21) 1

特開2000-081721

しく低下した。さらに表面光沢は均一であったが、オフセット現象や、低温側の剥離不良が観察された。さらにまた、比較例4のトナーをOHPシートに適用すると、OHP画像はやや黒みを帯びていることが観察された。

【0150】比較例5のトナーを上記と同様に適用すると、通常環境において、かぶり、トナー飛散が発生し、鮮明な画像が得られなかった。剥離性試験においてローラーへの巻き付けが発生した。また、定着画像の表面光沢性も不均一であった。さらに、比較例5のトナーをOHPシートに適用すると、OHP画像は黒みを帯びていることが観察された。

【0151】

【発明の効果】本発明は、上記の構成を採用することに

より、定着シートの剥離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性、トナー内の離型剤分散性、トナー内の着色剤分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、かつ、高画質な定着画像の提供が可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の剥離力の測定に用いる剥離爪の断面図である。

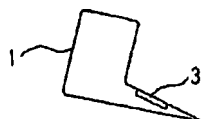
【図2】本発明の剥離力の測定に用いる加熱ロールの斜視図である。

10 【図3】本発明の剥離力の測定において加熱ロールと剥離爪との関係を示した断面図である。

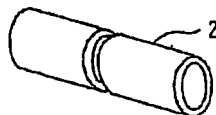
【符号の説明】

1 剥離爪、 2 加熱ロール、 3 切り欠き部、
4 歪みゲージ

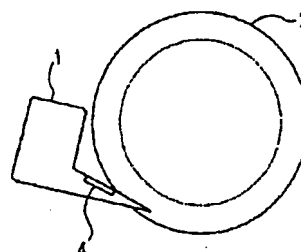
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 江口 敦彦
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 庄子 毅
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 松村 保雄
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AA01 AA06 AB03 CA04 CA14
CA21 CB18 EA03 EA05 EA10
FA02 FB02